

Family list**3** family member for: **JP62274063**

Derived from 1 application

1 FORMATION OF THIN ORGANIC FILM BY RADIATION OF LIGHT**Inventor:** YOSHIDA TAKUJI; MORINAKA AKIRA; **Applicant:** NIPPON TELEGRAPH & TELEPHONE (+1)**EC:** **IPC:** C23C14/12; C23C14/28; C23C14/12 (+3)**Publication info:** **JP2016560C C** - 1996-02-19**JP7042573B B** - 1995-05-10**JP62274063 A** - 1987-11-28Data supplied from the *esp@cenet* database - Worldwide

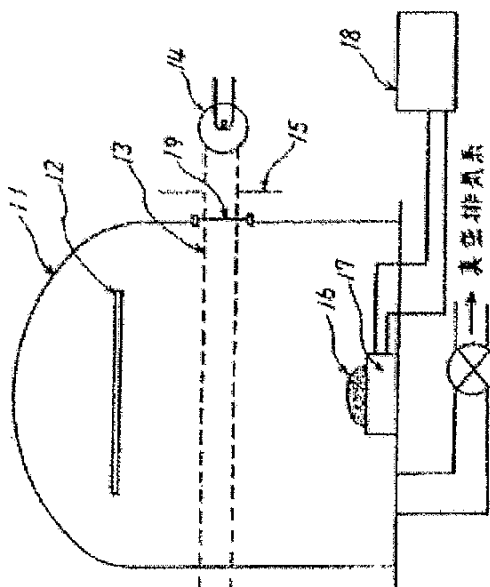
FORMATION OF THIN ORGANIC FILM BY RADIATION OF LIGHT

Patent number: JP62274063
Publication date: 1987-11-28
Inventor: YOSHIDA TAKUJI; MORINAKA AKIRA; FUNAKOSHI NORIHIRO
Applicant: NIPPON TELEGRAPH & TELEPHONE
Classification:
- international: **C23C14/12; C23C14/28; C23C14/12; C23C14/28;**
(IPC1-7): C23C14/12; C23C14/28
- european:
Application number: JP19860117406 19860523
Priority number(s): JP19860117406 19860523

Report a data error here

Abstract of JP62274063

PURPOSE:To form a vapor deposited glassy org. film by executing vapor deposition while radiating light to an org. material which changes the color, structure, electron state, bond state and polarity when is irradiated with light. **CONSTITUTION:**1', 3', 3'-Trimethyl-6-nitrospiro[2H-1-benzopyrane-2,2'-indoline] or the like which changes the structure when is irradiated with UV rays is used as the org. material to be deposited by evaporation. The inside of a bell-jar 11 is evacuated to a vacuum and a heating boat 17 is held at a prescribed temp. by a temp. controller 18. An extra-high pressure mercury lamp 14 or the like is used as a UV light source. The vapor deposition is executed while the UV light is radiated to the org. material in a gaseous state of the org. material on the heating boat. The type of the molecules of the org. material is converted to a merocyanine type and to paired ion type and therefore, the polarity thereof changes. As a result, the crystallization is prevented and the thin transparent glassy film is obtd.



⑨ 日本国特許庁(JP)

⑩ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A) 昭62-274063

⑤ Int. Cl.⁴

識別記号

庁内整理番号

⑬ 公開 昭和62年(1987)11月28日

C 23 C 14/12
14/28

8520-4K
8520-4K

審査請求 未請求 発明の数 1 (全4頁)

⑭ 発明の名称 光照射有機薄膜作成法

⑯ 特 願 昭61-117406

⑰ 出 願 昭61(1986)5月23日

⑱ 発 明 者 吉 田 卓 史 茨城県那珂郡東海村大字白方字白根162番地 日本電信電話株式会社茨城電気通信研究所内
⑱ 発 明 者 森 中 彰 茨城県那珂郡東海村大字白方字白根162番地 日本電信電話株式会社茨城電気通信研究所内
⑱ 発 明 者 船 越 宜 博 茨城県那珂郡東海村大字白方字白根162番地 日本電信電話株式会社茨城電気通信研究所内
⑲ 出 願 人 日本電信電話株式会社 東京都千代田区内幸町1丁目1番6号
⑲ 代 理 人 弁理士 中 本 宏 外2名

明 細 書

1. 発明の名称

光照射有機薄膜作成法

2. 特許請求の範囲

1. 真空蒸着法による薄膜形成法において、有機物に光を照射しながら該有機物を蒸着させることを特徴とする光照射有機薄膜作成法。
2. 該光照射を、蒸着中の基板を通した光を気相状態の有機物に対して照射することにより行う特許請求の範囲第1項記載の光照射有機薄膜作成法。
3. 該光照射を、蒸着中の加熱ポート上の有機物に対して行う特許請求の範囲第1項記載の光照射有機薄膜作成法。
4. 該蒸着で、同時に数種類の有機物を蒸着させる場合には、少なくとも1種の有機物に光を照射しながら蒸着を行う特許請求の範囲第1項～第3項のいずれかに記載の光照射有機薄膜作成法。

3. 発明の詳細な説明

【産業上の利用分野】

本発明は、光を照射すると、色、構造、電子状態、結合状態、極性等が変化する有機物を薄膜化する際に、機能性薄膜とするために用いる薄膜作成法に関する。

【従来の技術】

有機物の薄膜作成法としては、スパッタ法、真空蒸着法、スピンコート法、ダイフュージョン法、キャスト法、LB法等がある。

このうち、真空蒸着法は溶媒や、分散剤等を使用せず、乾式(ドライ)プロセスで薄膜を作成できるため多層薄膜や数種類の有機物を任意の割合で混合した混合薄膜を作成することができ。

また、蒸着の際に、昇華精製過程が必然的に加わるために、純物質から成る薄膜を得ることができる。

【発明が解決しようとする問題点】

しかしながら、加熱ポートで少なくとも蒸圧下における沸点や、昇華点付近まで加熱しなけ

ればならず、有機物によつては、熱分解してしまふものがあつた。また、蓋板上で有機物が薄膜を形成する際、真空蒸着法では高分子分散剤等を用いなくため、結晶化が進行し、白濁化したり、真空中ではガラス状膜であつたものも、空气中にさらすと、結晶化や、酸化等によつて、白濁化、酸化する有機物があつた。

本発明の目的は、有機物の真空蒸着法による有機薄膜作成法において、従来技術では分解、酸化、結晶化のためにガラス状の有機蒸着膜を得られなかつた有機物でもガラス状有機蒸着膜を作製することができる真空蒸着法を提供することにある。

〔問題点を解決するための手段〕

本発明を概説すれば、本発明は光照射有機薄膜作成法に関する発明であつて、真空蒸着法による薄膜形成法において、有機物に光を照射しながら該有機物を蒸着させることを特徴とする。

本発明は、光を照射することによつて、色、構造、電子状態、結合状態、磁性の変化する有

機物に、光を照射しながら真空蒸着を行うことを最も主要な特徴とする。

従来の有機物の真空蒸着法では、分解、酸化、結晶化による白濁等が生じていた。しかし、本発明を用いれば、光を照射することにより、有機物の色や、構造、電子状態、結合状態、磁性が変化するため、従来の技術では得られなかつた有機真空蒸着膜を得ることができる。

有機物に対する光の照射は真空蒸着装置中のいかなる有機物に対して行つてもよい。例えば、気相状態となつている有機物、蒸着中の加熱ポート上にある有機物に対して行つてよい。

またその光照射は透明な蓋板を用い蓋板を通して有機物に光照射してもよい。

更に本発明による蒸着で、同時に数種類の有機物を蒸着させる場合には、少なくとも1種の有機物に光を照射しながら蒸着を行うのがよい。

本発明方法で使用する光とは可視光に限らないが、高エネルギーであると有機物が分解するおそれがあるので、一般に紫外領域から赤外領

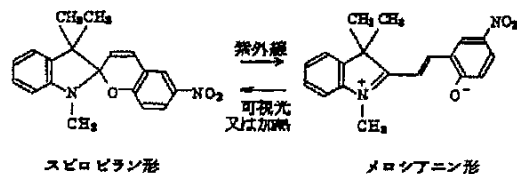
域に入る光線を使用するのが好ましい。

〔実施例〕

以下、本発明を実施例により更に具体的に説明するが、本発明はこれら実施例に限定されない。

実施例1

第1図は、実施例1で使用する光照射有機蒸着装置の断面概略図である。第1図において符号11はベルジャー、12は蓋板、13は紫外光、14は超高圧水銀灯、15はスリット、16は試料、17は加熱ポート、18は温度コントローラー、19は石英製窓を意味する。有機物としては、紫外光照射により構造の変化する3,3'-トリメチル-6-ニトロスピロ(2H-1-ベンゾピラン-2,2'-インドリン)〔略号:NBPS〕を用いた。その構造変化を下記式で示す。



第1図中18の温度コントローラーによつて、第1図中17の加熱ポートを170℃にし、真空度は 10^{-4} Torr、紫外光源として100Wの超高圧水銀灯の360nmの輝線を用いて、光照射真空蒸着を行つた。NBPSは前記式に示すように、紫外光を照射すると、その構造を変化させ、スピロピラン形から、メロシアニン形となる。このNBPSを通常の真空蒸着法によつて、蒸着すると、結晶化により、不透明な薄膜しか得られなかつた。しかし、本発明による第1図の構成の様に、紫外光を照射しながら、蒸着をすると、NBPS分子の形がメロシアニン形となり、しかも、対イオン形となるため、その磁性も変化することから、結晶化を防ぎ、ガラス状

の透明な薄膜を得ることができた。第2図に通常の真空蒸着法によつて得られたNBPS薄膜と本発明によつて、作製したNBPS薄膜のそれぞれの表面の凸凹を接触型、表面粗さ測定器によつて調べた結果をスペクトル図として示す。第2-1図は従来の方法で得たNBPS薄膜の表面、第2-2図は本発明による方法で得たNBPS薄膜の表面である。明らかに本発明による方法で作製したNBPS薄膜の方が結晶化していないために表面の凸凹がなく、滑らかであることが分る。また第3図に従来の方法(縦線a)と、本発明による方法(縦線b)とで得たNBPS薄膜の吸収スペクトル図〔横軸は波長(nm)、縦軸は吸光度を示す〕を示す。基板はどちらも透明な石英基板を用いた。従来の方法で得たNBPS薄膜は結晶化により白濁し不透明なため、測定波長全域にわたつて、光の散乱による吸光度の増加が観察された。それに対し、本発明によつて得られたNBPS薄膜は、メロシアン形による吸収以外の領域では全く吸収がなく、完全に

透明であつた。また、メロシアン形による吸収も加熱又は可視光照射によつて、NBPSをスピロピラン形に戻すことで減少し第3図、縦線aに示す通り、無色透明なガラス状NBPS蒸着膜を、本発明により初めて得ることができた。この膜に再び、紫外光を照射すると発色し、非晶質のまま、可逆なフォトクロミズムを示すNBPS非晶質膜を初めて得ることができた。

実施例2

第4図は実施例2で使用する光照射有機蒸着装置の断面概略図である。第4図において、符号51は超高压水銀灯、52は反射ミラー、53はベルジャー、54は基板、55は試料、56は加熱ポート、57は温度コントローラー、58は光線を意味する。この場合は基板に透明な石英基板を用いているため、基板の後方から、光を照射しているが、蒸着する側から基板に光を照射しても、同様な結果が得られた。蒸着物質は実施例1と同じNBPSで、それ以外の諸条件は、実施例1と同じにした。この様に基板に、

直接、紫外光を照射しても、実施例1で得られた、NBPSの透明なガラス状蒸着膜を得ることができ、その性質も、実施例1と同じであつた。〔発明の効果〕

以上説明したように、本発明の真空蒸着法を用いることにより、従来、真空蒸着が不可能であつた有機物も蒸着が可能となり、現在、湿式でしか薄膜が得られなかつた有機物も乾式で薄膜化が可能となる。したがつて、レジスト材料等の乾式薄膜化に大きな効果を期待できる。

また、光照射により、有機物が励起状態のまま、薄膜化されるため、従来の方法で作製した薄膜では実現できなかった機能、例えば、有機物乾式太陽電池の作製等が可能となる。

更にまた、実施例で示したように、従来の方法では結晶化してしまい白濁化したNBPS膜も非晶質になり、しかも非晶質のまま、紫外光、可視光により、可逆な色の着色・消色、いわゆるフォトクロミズムを示すので、蓄光型発光ディスプレイ媒体として用いることができ、非晶質

のNBPS単独の薄膜なので、高S/N比を得ることができる。

4. 図面の簡単な説明

第1図及び第4図は本発明方法で使用する光照射有機蒸着装置の1例の断面概略図、第2-1図は従来の方法によるNBPS真空蒸着膜の接触型表面粗さ測定スペクトル図、第2-2図は本発明によるNBPS真空蒸着膜の接触型表面粗さ測定スペクトル図、第3図はNBPS真空蒸着膜の吸収スペクトル図である。

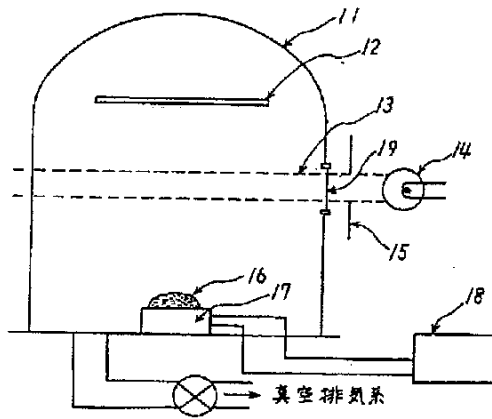
11、53：ベルジャー、12、54：基板、13：紫外光、14、51：超高压水銀灯、15：スリット、16、55：試料、17、56：加熱ポート、18、57：温度コントローラー、19：石英製窓、52：反射ミラー、58：光線

特許出願人 日本電信電話株式会社

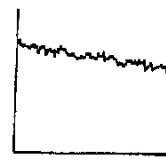
代理人 甲 本 安

同 井 上 昭

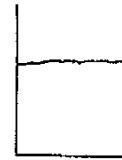
同 吉 領 桂



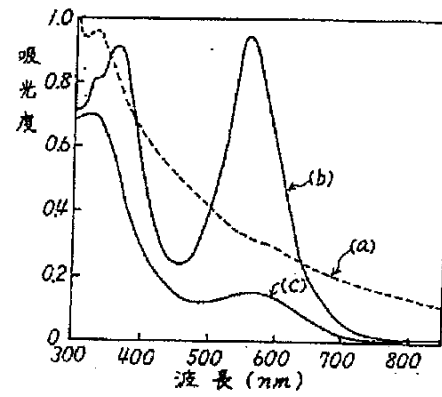
第 1 図



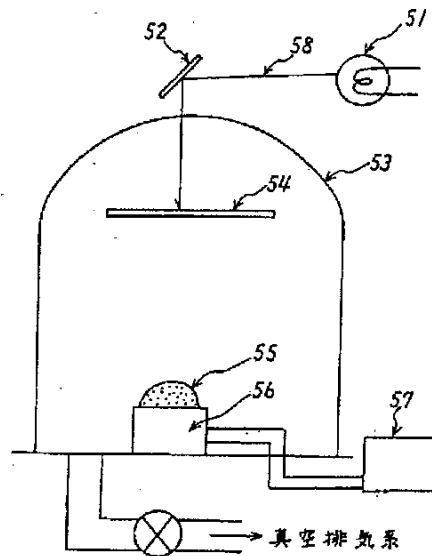
第 2-1 図



第 2-2 図



第 3 図



第 4 図